

6)

## PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 05-271776

(43)Date of publication of application : 19.10.1993

(51)Int.Cl.

C21D 9/08

C21D 1/74

C21D 6/00

(21)Application number : 04-100603

(71)Applicant : SUMITOMO METAL IND LTD

(22)Date of filing : 25.03.1992

(72)Inventor : NAKAI TOSHIYUKI

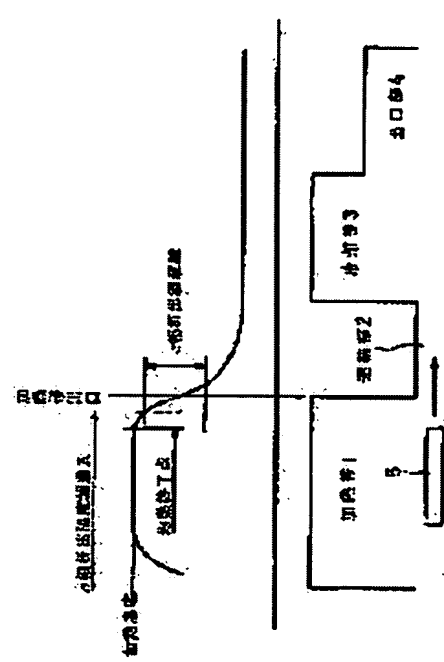
## (54) HEAT TREATMENT METHOD OF TWO PHASE STAINLESS STEEL PIPE

## (57)Abstract:

**PURPOSE:** To restrain the development of scale, to prevent the deterioration of mechanical property and to improve the quality by controlling speed to prevent the absorption of hydrogen and the precipitation of  $\sigma$  phase, at the time of executing heat treatment in hydrogen atmosphere.

**CONSTITUTION:** A two-phase stainless steel pipe 5 is carried from the neighborhood of outlet of a heating zone 1 in connecting type hydrogen atmospheric furnace to a part coming to a connecting part 2 for connecting the heating zone 1 to a cooling zone 3. Then, the carrying speed is raised so that the cooling speed of the two-phase stainless steel pipe following advancing to the atmosphere of a phase precipitating temp. zone (500-950°C) exceeds the  $\sigma$  phase precipitating cooling speed zone.

Successively, after the steel pipe 5 advances to the cooling zone 3, the steel pipe is rapidly cooled to the end of the  $\sigma$  phase precipitating temp. zone by the speed exceeding the  $\sigma$  phase precipitating cooling speed zone. Further, by keeping in a zone of 200°C to a phase precipitation temp. for  $\geq 5$ min, hydrogen absorbed in the steel pipe 5 is moved.



## LEGAL STATUS

[Date of request for examination] 02.12.1997

[Date of sending the examiner's decision of rejection] 06.06.2000

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's]

BEST AVAILABLE COPY

decision of rejection]

[Date of extinction of right]

Copyright (C); 1998,2003 Japan Patent Office

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開平5-271776

(43) 公開日 平成5年(1993)10月19日

(51) Int.Cl. <sup>5</sup>	識別記号	庁内整理番号	F I	技術表示箇所
C 2 1 D	9/08	E		
	1/74	F		
		U		
6/00	1 0 2	L 9269-4K		

審査請求 未請求 請求項の数 1 (全 6 頁)

(21) 出願番号 特願平4-100603

(22) 出願日 平成4年(1992)3月25日

(71) 出願人 000002118

住友金属工業株式会社

大阪府大阪市中央区北浜4丁目5番33号

(72) 発明者 中井 俊之

兵庫県尼崎市東向島西之町1番地 住友金

属工業株式会社鋼管製造所内

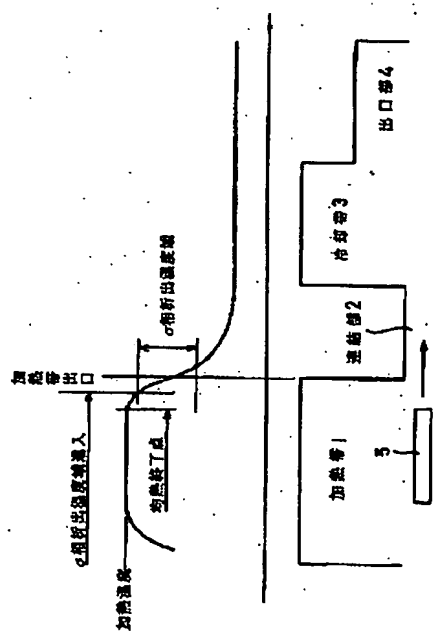
(74) 代理人 弁理士 生形 元重 (外1名)

(54) 【発明の名称】 二相ステンレス鋼管の熱処理方法

(57) 【要約】

【目的】 スケールを発生させない。 $\sigma$ 相を析出させない。水素吸収による機械的性能の低下を防ぐ。

【構成】 二相ステンレス鋼管5を水素雰囲気炉に通す。加熱帯1の出口近傍から連結部2にかけての部分で、鋼管搬送速度を上げて、 $\sigma$ 相の析出を防ぐ。冷却帯3で鋼管を $\sigma$ 相析出温度域より低い温度まで急冷した後、出口部4で200~300℃に保持して、鋼管に吸収された水素を抜く。



## 【特許請求の範囲】

【請求項1】 連続式の水素雰囲気炉に二相ステンレス鋼管を通し、その水素雰囲気炉の加熱帯の出口近傍から、加熱帯と冷却帯とを連結する連結部に至る部分を二相ステンレス鋼管が通過するときに、少なくとも $\sigma$ 相析出温度域の雰囲気中に進入してからの二相ステンレス鋼管の冷却速度が、 $\sigma$ 相析出冷却速度域を超えるように、二相ステンレス鋼管の搬送速度を高め、冷却帯に二相ステンレス鋼管が進入して後は、二相ステンレス鋼管を、 $\sigma$ 相析出冷却速度域を超える速度で $\sigma$ 相析出温度域未満まで急冷し、更に、その後、 $\sigma$ 相析出温度域未満200℃以上の温度に5分以上保持することを特徴とする二相ステンレス鋼管の熱処理方法。

## 【発明の詳細な説明】

## 【0001】

【産業上の利用分野】 本発明は、二相ステンレス鋼管の無スケール熱処理方法に関する。

## 【0002】

【従来の技術】 フェライトとオーステナイトの二相組織からなる二相ステンレス鋼管は、高強度で耐食性に優れ、例えば油井管等に使用されている。この二相ステンレス鋼管は、通常、熱間加工、冷間加工を経て所定の寸法に製管され、製管後に固溶化のための熱処理を受ける。

【0003】 二相ステンレス鋼管の熱処理においては、急冷が不可欠とされている。これは、二相ステンレス鋼管が熱処理温度から冷却されるときに $\sigma$ 相析出温度域を通り、この温度域で冷却速度が不足すると $\sigma$ 相が析出するからである。冷却過程で $\sigma$ 相が析出すると、著しい脆化を招き、耐食性も大きく低下する。そのため、二相ステンレス鋼管の熱処理における冷却プロセスでは、冷却速度の確保が何にも増して優先され、通常は、連続式の加熱炉で大気加熱後、速やかに水冷を行うプロセスが採用されている。

## 【0004】

【発明が解決しようとする課題】 しかしながら、このような二相ステンレス鋼管の熱処理方法においては、熱処理後の鋼管の内外面にスケールが生成される。二相ステンレス鋼管は、その組織確保のために多量のCrおよびMoを含有しており、その鋼管内外面に生成されたスケールは、鋼管母材に強固に付着するため、酸洗では除去するのが非常に困難であり、極めて長時間の処理を要する。そのため、一部では苛性ソーダを主体とするアルカリ溶融塩や、過マンガン酸カリウムによる強力な化学的デスケール法、あるいはサンドブラスト、ショットブラスト等による機械的なデスケール法が採用されている。しかし、いずれの方法も酸洗に比べると高コストであり、更に過マンガン酸カリウム等については、六価クロムを生成するという公害上の問題もある。

【0005】 また、大気雰囲気中で熱処理をした場合に

は、スケール生成過程で母材部に脱Cr層が発生する。酸洗デスケールでは、この脱Cr層の部分が溶解してスケールが除去されるわけであるが、デスケール後も母材表層のCr濃度は他の部分のCr濃度に比して低い場合があり、その場合は耐食性が低下する結果になる。

【0006】 本発明の目的は、スケールを発生させない二相ステンレス鋼管の熱処理方法を提供することにある。

## 【0007】

【課題を解決するための手段】 二相ステンレス鋼管の熱処理において、スケールの発生を抑えるために、Arガス等による不活性ガス雰囲気での熱処理が考えられる。しかし、スケールの発生を完全に防止することは不可能であり、スケールの完全防止には、水素ガスによる還元雰囲気が必要となる。ところが、水素雰囲気中で二相ステンレス鋼管を熱処理すると、水素吸収が起る。これは、二相組織のうちのフェライト組織に水素が吸収される現象で、耐食性および機械的性質の劣化を招く。また、水素雰囲気を使用するとしても、 $\sigma$ 相の析出を防止しなければならないという課題は依然として残る。

【0008】 本発明者らは、二相ステンレス鋼管の熱処理におけるスケールの発生を防ぐためには、水素雰囲気の採用が不可欠と考え、水素雰囲気を採用した場合の水素吸収を防ぐ手段、および $\sigma$ 相の析出を防ぐ手段について、鋭意研究を続けた。その結果、水素吸収については、例えば200～300℃程度で二相ステンレス鋼管を均熱すると、吸収された水素が容易に抜けること、 $\sigma$ 相の析出については、連続式水素雰囲気炉の加熱帯の出口近傍から、加熱帯と冷却帯とを連結する連結部にかけての部分で鋼管が通過するときの鋼管速度に注意を払いさえすれば、特に水冷を採用しなくても $\sigma$ 相の析出を防止できることを知見した。

【0009】 本発明は上記知見に基づきなされたもので、連続式の水素雰囲気炉に二相ステンレス鋼管を通し、その水素雰囲気炉の加熱帯の出口近傍から、加熱帯と冷却帯とを連結する連結部に至る部分を、二相ステンレス鋼管が通過するときに、少なくとも $\sigma$ 相析出温度域の雰囲気中に進入してからの二相ステンレス鋼管の冷却速度が、 $\sigma$ 相析出冷却速度域を超えるように、二相ステンレス鋼管の搬送速度を高め、冷却帯に二相ステンレス鋼管が進入して後は、二相ステンレス鋼管を、 $\sigma$ 相析出冷却速度域を超える速度で $\sigma$ 相析出温度域未満まで急冷し、更に、その後、 $\sigma$ 相析出温度域未満200℃以上の温度に5分以上保持することを特徴とする二相ステンレス鋼管の熱処理方法を要旨とする。

## 【0010】

【作用】 図1は本発明の熱処理方法に使用される水素雰囲気炉の構造および温度分布を示す模式図、図2は同水素雰囲気炉を通過する二相ステンレス鋼管のヒートパターンを示すグラフである。

3

【0011】水素雰囲気炉は、ここではマッフル炉とされ、入側から出側へかけて、加熱帯1、連結部2、冷却帯3、出口部4を連続した構造になっている。冷却帯3は、外部から供給される水素ガスを被熱処理管5に吹き付けてこれを冷却する。昇温した水素ガスは、大部分が冷却帯3の外部に排出された後冷却され、再度冷却帯に供給されて循環使用されるが、一部分は、連結部2を経て加熱帯1に流入して、加熱帯1を水素雰囲気に保つと共に、出口部4にも流入してここを水素雰囲気に保つ。連結部2は、冷却帯3から加熱帯1へ流入する低温の水素ガスによって加熱帯1の雰囲気温度が低下するのを防ぐために、その断面積が小さく抑えられている。

【0012】炉内の温度は、基本的には、加熱帯1では熱処理温度、冷却帯3および出口部4では常温、連結部2では加熱温度から常温まで漸次温度が低くなる分布を示すが、通常は、冷却帯3から進入する水素ガスの影響を受けて、加熱帯1の出口の手前から温度低下が始まる。その結果、加熱帯1の出口の手前から連結部2にかけて $\sigma$ 相析出温度域(500~950℃)が生じる。二相ステンレス鋼管からなる被熱処理管5が、一定速度でこの水素雰囲気炉を通過すると、図2に破線で示すように、 $\sigma$ 相析出温度域の雰囲気中で被熱処理管5が緩冷され、冷却速度が $\sigma$ 相析出冷却速度域に入り、 $\sigma$ 相を析出する。また、出口部4での被熱処理管5の滞在時間が短くなり、水素が充分に抜けない。

【0013】そこで、本発明の二相ステンレス鋼管の熱処理方法では、 $\sigma$ 相析出温度域の雰囲気に被熱処理管5が進入するまでは、所定の搬送速度で被熱処理管5を送って所定の加熱を行うが、少なくとも $\sigma$ 相析出温度域の雰囲気に進入して後は、被熱処理管5を高速で搬送し、この中間温度域を短時間で通過させて、被熱処理管5の冷却速度が $\sigma$ 相析出冷却速度域に入らないようにする。そして、連結部2の出口近傍あるいは冷却帯3入口の雰囲気温度が十分に低いところから被熱処理管5の搬送速度を元に戻す。かくして、被熱処理管5は、図2の実線に示すように、 $\sigma$ 相析出温度域を $\sigma$ 相析出冷却速度域を超える速度で急冷され、 $\sigma$ 相を析出しない。

【0014】被熱処理管5が $\sigma$ 相析出温度域より低い温度まで冷却されると、水素を抜くために被熱処理管5を $\sigma$ 相析出温度域未満で200℃以上の温度に5分以上保持する。そのために、冷却帯3の出口近傍もしくは出口部4の入口近傍で被熱処理管5の搬送速度を低下させ、必要に応じて搬送を停止する。出口部4が長くて搬送速

4

度低下の必要がないときは、冷却時の速度と同じ速度で出口部4を通過させてもよい。ここにおける鋼管保持温度が $\sigma$ 相析出温度域以上では、 $\sigma$ 相を析出し、200℃未満では水素の抜けが悪い。好ましい保持温度は200~300℃である。また、保持時間が5分未満でも水素の抜けが悪い。保持時間の上限は特に規定しないが、必要以上の均熱は能率低下を招く。特に好ましい保持時間は10~20分である。

【0015】なお、連結部2の断面積が大きいと、加熱帯1への低温の水素ガスの進入が著しくなり、 $\sigma$ 相析出温度域の部分が加熱帯1に大きく広がる。その結果、均熱域が狭められ、また、 $\sigma$ 相析出温度域の部分が広がる。本発明者らの調査によれば、連結部2の断面積を被熱処理管5の外断面積3倍以下に抑えることにより、 $\sigma$ 相析出温度域の部分を加熱帯1からほぼ排除できる。また、この部分が狭くなることから、炉構造によっては、特に増速なしで $\sigma$ 相の析出を防ぐこともできる。ただし、連結部2の断面積が被熱処理管5の外断面積の1.5倍未満になると、被熱処理管5の反り等が大きい場合には、被熱処理管5が連結部2内壁面に当たってその円滑な搬送が阻害される。

【0016】

【実施例】以下に本発明の実施例を説明する。

【0017】熱間加工、冷間加工により製管された外径21.6mm×肉厚1.1mm×長さ2mの二相ステンレス鋼管(25Cr-7Ni-4Mo)を、表1に示す仕様の水素雰囲気炉で固溶化熱処理するにあたり、表2のAに示す搬送速度パターンを採用した。このパターンによると $\sigma$ 相析出温度域での平均冷却速度は450℃/分に、また、200~300℃での保持時間は12分となる。熱処理後の鋼管にスケールは一切付着せず、その組織を調べても $\sigma$ 相は認められなかった。また、若干の水素吸収が認められたものの、機械的性能に影響を及ぼすレベルではなかった。比較のために、鋼管を表2のBに示す480mm/分の一定速度( $\sigma$ 相析出温度域での平均冷却速度355℃/分)で搬送したところ、スケールの付着はなかったが、著しい $\sigma$ 相の析出が認められ、水素吸収量も多かった。前記鋼管を200℃に保持したときの保持時間と水素量との関係を調査した結果を熱処理前の水素量と共に表3に示しておく。

【0018】

【表1】

(4)

特開平5-271776

5

6

炉 仕 様	加熱帯長さ	6 m
	連結部長さ	1 m
	冷却帯長さ	2 m
	出口部長さ	6 m
	被処理管搬送方式	メッシュベルト搬送方式
	水素ガス使用量	100Nm <sup>3</sup> /時間

【0019】

\* \* 【表2】

		搬 送 速 度	
		A (本発明)	B (従来)
区 間	加熱帯	480mm/分	480mm/分
	加熱帯出口～冷却帯	1000mm/分	同 上
	出口部	480mm/分	同 上

【0020】

【表3】

保持時間	水素量 (ppm)
熱処理前	2
2分	10
5分	8
12分	4
20分	4

【0021】

【発明の効果】以上の説明から明らかなように、本発明の二相ステンレス鋼管の熱処理方法は、水素雰囲気中で

熱処理を行うことにより、スケールを発生させない。従って、スケール除去のための工程を省略でき、製管コストの大幅低減を達成する。しかも、水素ガスを使用するにもかかわらず、水素吸収による機械的性質の低下が防止され、また、ガス冷却を採用するにもかかわらず、 $\sigma$ 相の析出がない。従って、所定の品質を確保できる。

【図面の簡単な説明】

【図1】本発明の熱処理方法に使用される水素雰囲気炉の構造および温度分布を示す模式図である。

【図2】同水素雰囲気炉を通過する二相ステンレス鋼管のヒートパターンを示すグラフである。

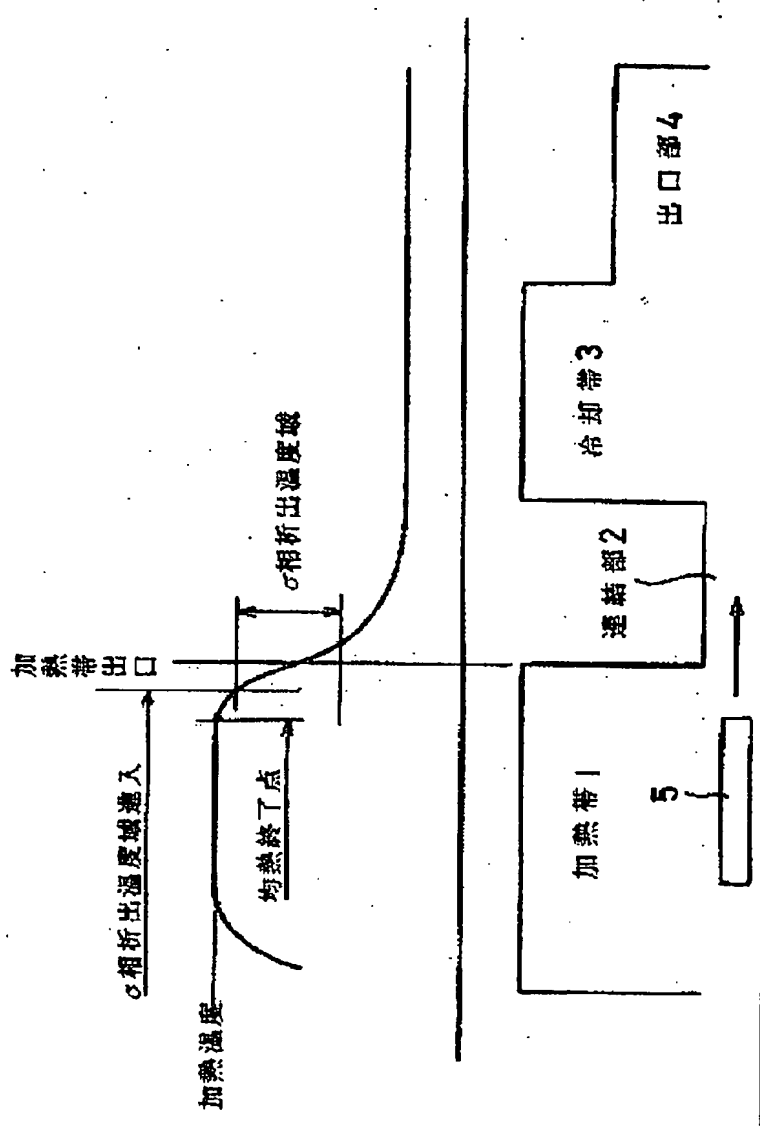
【符号の説明】

- 1 加熱帯
- 2 連結部
- 3 冷却帯
- 4 出口部
- 5 被熱処理管 (二相ステンレス鋼管)

(5)

特開平5-271776

【図1】



【図2】

